



IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Re application of: **Toshihiko TAKASAKI et al.**

Group Art Unit: **1713**

Serial Number: **10/763,348**

Examiner: Not yet assigned

Filed: **January 26, 2004**

Confirmation No.: **7111**

For: **OPTICAL RESINS AND APPLICATIONS THEREOF**

CLAIM FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119

Commissioner for Patents
P. O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

April 29, 2004

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application is hereby requested for the above-identified application, and the priority provided in 35 U.S.C. 119 is hereby claimed:

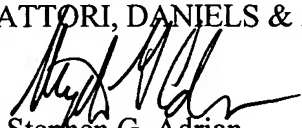
Japanese Appln. No. 2001-227927, filed on July 27, 2001

In support of this claim, the requisite certified copy of said original foreign application is filed herewith.

It is requested that the file of this application be marked to indicate that the applicants have complied with the requirements of 35 U.S.C. 119 and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt of said certified copy.

In the event that any fees are due in connection with this paper, please charge our Deposit Account No. 50-2866.

Respectfully submitted,
WESTERMAN, HATTORI, DANIELS & ADRIAN, LLP


Stephen G. Adrian
Reg. No. 32,878

Atty. Docket No.: **042050**
1250 Connecticut Ave, N.W., Suite 700
Washington, D.C. 20036
Tel: (202) 822-1100
Fax: (202) 822-1111

38834
Customer No.

0p020P3

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 1 年 7 月 2 7 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 1 - 2 2 7 9 2 7
Application Number:

[ST. 10/C] : [J P 2 0 0 1 - 2 2 7 9 2 7]

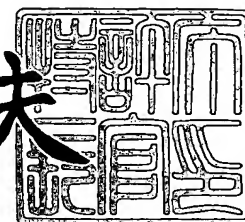
出 願 人 日 立 化 成 工 業 株 式 有 限 公 司
Applicant(s):



2 0 0 4 年 2 月 2 0 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 1 1 7 1 8

【書類名】 特許願

【整理番号】 13300530

【提出日】 平成13年 7月27日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G02B 1/04
C08G 73/10

【発明の名称】 光学用樹脂およびその用途

【請求項の数】 9

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市和台 4 8 日立化成工業株式会社 総合
研究所内

【氏名】 高崎 俊彦

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市和台 4 8 日立化成工業株式会社 総合
研究所内

【氏名】 浦野 光

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市和台 4 8 日立化成工業株式会社 総合
研究所内

【氏名】 河合 宏政

【特許出願人】

【識別番号】 000004455

【氏名又は名称】 日立化成工業株式会社

【代表者】 内ヶ崎 功

【電話番号】 03-5381-2409

【連絡先】 知的所有権室

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010043

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】	明細書	1
【物件名】	要約書	1
【プルーフの要否】	要	

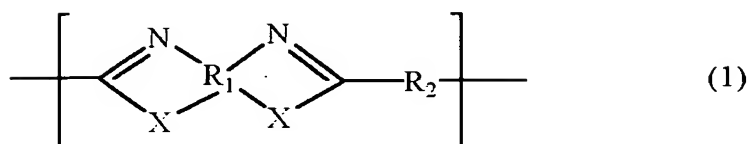
【書類名】 明細書

【発明の名称】 光学用樹脂およびその用途

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 下記一般式(1)

【化 1】



(式中 R_1 は芳香環を含む 4 価の有機基であり、2 組の N と X はそれぞれ 5 員環を形成するように R_1 の芳香環に互いにオルト位に結合している。また式中 R_2 は 2 価の有機基、X は酸素原子または硫黄原子を表す)で表される繰り返し単位を有するポリベンゾアゾールを主構成要素とする光学用樹脂。

【請求項 2】 一般式(1)で表される繰り返し単位の X が酸素原子であるポリベンゾオキサゾールを主構成要素とする請求項 1 に記載の光学用樹脂。

【請求項 3】 一般式(1)で表される繰り返し単位の X が硫黄原子であるポリベンゾチアゾールを主構成要素とする請求項 1 に記載の光学用樹脂。

【請求項 4】 波長 1300 nm 及び 1550 nm での光線透過率が 80% 以上である請求項 1 ないし請求項 3 のいずれかに記載の光学用樹脂。

【請求項 5】 波長 1300 nm または 1550 nm での屈折率が 1.45 ~ 1.75 である請求項 1 ないし請求項 3 のいずれかに記載の光学用樹脂。

【請求項 6】 波長 1300 nm または 1550 nm での複屈折率が 0.008 以下である請求項 1 ないし請求項 3 のいずれかに記載の光学用樹脂。

【請求項 7】 請求項 1 ないし請求項 6 のいずれかに記載の光学用樹脂を用いた光導波路。

【請求項 8】 請求項 1 ないし請求項 6 のいずれかに記載の光学用樹脂を用いた光学フィルタ。

【請求項 9】 請求項 1 ないし請求項 6 のいずれかに記載の光学用樹脂を用いた光学レンズ。

【発明の詳細な説明】

【0001】**【発明の属する技術分野】**

本発明は光学用樹脂及びその用途、特に光導波路、光学フィルタ、光学レンズに関するものである。

【0002】**【従来の技術】**

光通信用の高耐熱ポリマー光学材料として、含フッ素ポリイミドが知られている。その構造および製造方法等については、特許第2657700号公報、特許第2813713号公報等に記載されており、高い耐熱性を維持しながら、低屈折率性と、近赤外領域である光通信用波長での透明性を有する含フッ素ポリイミドが記載されている。

一方、ポリベンゾオキサゾールやポリベンゾチアゾールのようなポリベンゾアゾール類は、高い耐熱性を有し、かつ高強度・高弾性率材料として古くから研究がなされている。その基本骨格および製造方法については特公昭42-19721号公報などによって知られている。その中で、ポリベンゾオキサゾールにフッ素を含有させることによって、低誘電率化、低熱膨張率化を図った例がいくつか知られている。特開平11-181094号公報では、高分子量の含フッ素ポリベンゾオキサゾールの製造法及びその用途として半導体の多層配線用層間絶縁膜について記載されている。また、特開2000-290374号公報では、特定の分子構造を有する含フッ素ポリベンゾオキサゾールの記載がある。光学特性を高めたポリベンゾアゾールについては、嵩高い構造を導入することにより可視光領域での透明性を高めたポリベンゾアゾールに関する特開平11-322929号公報等がある。

【0003】**【発明が解決しようとする課題】**

上記の含フッ素ポリイミドは、使用するポリイミドを構成するモノマーの種類が限られ透明性、複屈折に優れた樹脂にするのに制限がある。一方、ポリベンゾオキサゾールやポリベンゾチアゾールのようなポリベンゾアゾール類は、光通信波長用の光学材料として用いた例はなく、また、嵩高い構造を導入したポリベン

ジアゾールの特開平 11-322929 号公報は、可視光では透明性は良いが、光通信分野で用いられる近赤外において透明性に劣る。

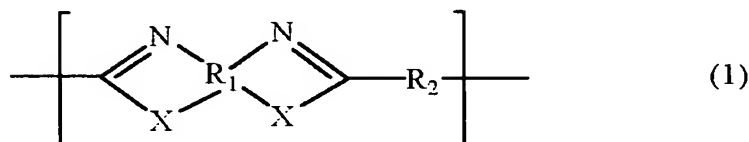
本発明の目的は、近赤外において透明性に優れ、光学特性において重要な複屈折率が小さい特性を有する、主に光通信波長域で用いられる光学部品用樹脂を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明は、[1] 下記一般式(1)

【化2】



(式中 R_1 は芳香環を含む 4 価の有機基であり、2 組の N と X はそれぞれ 5 員環を形成するように R_1 の芳香環に互いにオルト位に結合している。また式中 R_2 は 2 価の有機基、X は酸素原子または硫黄原子を表す) で表される繰り返し単位を有するポリベンゾアゾールを主構成要素とする光学用樹脂である。また、
 [2] 一般式(1)で表される繰り返し単位の X が酸素原子であるポリベンゾオキサゾールを主構成要素とする上記 [1] に記載の光学用樹脂である。また、
 [3] 一般式(1)で表される繰り返し単位の X が硫黄原子であるポリベンゾチアゾールを主構成要素とする上記 [1] に記載の光学用樹脂である。また、
 [4] 波長 1300 nm 及び 1550 nm での光線透過率が 80% 以上である上記 [1] ないし上記 [3] のいずれかに記載の光学用樹脂である。また、
 [5] 波長 1300 nm または 1550 nm での屈折率が 1.45 ~ 1.75 である上記 [1] ないし上記 [3] のいずれかに記載の光学用樹脂である。また、
 [6] 波長 1300 nm または 1550 nm での複屈折率が 0.008 以下である上記 [1] ないし上記 [3] のいずれかに記載の光学用樹脂である。また、
 [7] 上記 [1] ないし上記 [6] のいずれかに記載の光学用樹脂を用いた光導波路である。また、
 [8] 上記 [1] ないし上記 [6] のいずれかに記載の光学用樹脂を用いた光学フ

ィルタである。また、

[9]上記[1]ないし上記[6]のいずれかに記載の光学用樹脂を用いた光学レンズである。

【0005】

【発明の実施の形態】

本発明のポリベンゾアゾールには、ポリベンゾオキサゾール、ポリベンゾチアゾール等が挙げられる。

ポリベンゾオキサゾールは、ビス(アミノフェノール)誘導体とジカルボン酸誘導体の重合により、前駆体であるポリヒドロキシアミドを得、さらに脱水閉環することによって得られる。あるいはビス(アミノフェノール)誘導体とジカルボン酸誘導体から、重合と脱水閉環を同時に進行させ、直接ポリベンゾオキサゾールを得ることもできる。それら誘導体は各々1種類以上が使用される。

具体的には、100℃以下、溶媒中でビス(アミノフェノール)誘導体とジカルボン酸誘導体を反応させることによって、前駆体であるポリヒドロキシアミドを得ることができる。その際、塩化リチウムや塩化カルシウム等の無機塩類や、ピリジン、トリエチルアミン等の塩基類を反応系に添加することによって、重合反応性を高めることもできる。また、ビス(アミノフェノール)誘導体とジカルボン酸誘導体を150℃以上で溶媒無しで熔融させて反応させる方法、または有機溶媒中またはポリリン酸中150℃以上で反応させる方法ではほぼ閉環したポリベンゾオキサゾールを得ることができる。

ポリベンゾチアゾールは、上記ビス(アミノフェノール)誘導体をビス(アミノチオフェノール)誘導体に変え、ポリベンゾオキサゾールと同様の製法で得ることができる。

【0006】

ポリベンゾオキサゾールを製造するのに用いられるビス(アミノフェノール)誘導体の例としては、2,4-ジアミノ-1,5-ジヒドロキシベンゼン、3,3'-ジアミノ-4,4'-ジヒドロキシビフェニル、4,4'-ジアミノ-3,3'-ジヒドロキシビフェニル、2,2'-ジアミノ-3,3'-ジヒドロキシビフェニル、3,3'-ジアミノ-2,2'-ジヒドロキシビフェニル、ビス(3-アミ

ノ-4-ヒドロキシフェニル)ケトン、ビス(3-アミノ-2-ヒドロキシフェニル)ケトン、ビス(4-アミノ-3-ヒドロキシフェニル)ケトン、ビス(2-アミノ-3-ヒドロキシフェニル)ケトン、ビス(3-アミノ-4-ヒドロキシフェニル)スルフィド、ビス(3-アミノ-2-ヒドロキシフェニル)スルフィド、ビス(4-アミノ-3-ヒドロキシフェニル)スルフィド、ビス(2-アミノ-3-ヒドロキシフェニル)スルフィド、ビス(3-アミノ-4-ヒドロキシフェニル)スルホン、ビス(3-アミノ-2-ヒドロキシフェニル)スルホン、ビス(4-アミノ-3-ヒドロキシフェニル)スルホン、ビス(2-アミノ-3-ヒドロキシフェニル)スルホン、ビス(3-アミノ-4-ヒドロキシフェニル)エーテル、ビス(3-アミノ-2-ヒドロキシフェニル)エーテル、ビス(4-アミノ-3-ヒドロキシフェニル)エーテル、ビス(2-アミノ-3-ヒドロキシフェニル)エーテル、ビス(3-アミノ-4-ヒドロキシフェニル)メタン、ビス(3-アミノ-2-ヒドロキシフェニル)メタン、ビス(4-アミノ-3-ヒドロキシフェニル)メタン、ビス(2-アミノ-3-ヒドロキシフェニル)メタン、ビス(3-アミノ-4-ヒドロキシフェニル)ジフルオロメタン、ビス(3-アミノ-2-ヒドロキシフェニル)ジフルオロメタン、ビス(4-アミノ-3-ヒドロキシフェニル)ジフルオロメタン、ビス(2-アミノ-3-ヒドロキシフェニル)ジフルオロメタン、2, 2-ビス(3-アミノ-4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-ビス(3-アミノ-2-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-ビス(4-アミノ-3-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-ビス(2-アミノ-3-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-ビス(3-アミノ-4-ヒドロキシフェニル)ヘキサフルオロプロパン、2, 2-ビス(3-アミノ-2-ヒドロキシフェニル)ヘキサフルオロプロパン、2, 2-ビス(4-アミノ-3-ヒドロキシフェニル)ヘキサフルオロプロパン、2, 2-ビス(2-アミノ-3-ヒドロキシフェニル)ヘキサフルオロプロパン、及び上記化合物中の芳香環の水素原子が部分的あるいは全てフッ素、塩素、臭素、トリフルオロメチル基で置換された化合物が挙げられる。

【0007】

ポリベンゾチアゾールを製造するのに用いられるビス(アミノチオフェノール)誘導体の例としては、2, 4-ジアミノ-1, 5-ジメルカプトベンゼン、3,

3'-ジアミノ-4, 4'-ジメルカプトビフェニル、4, 4'-ジアミノ-3, 3'-ジメルカプトビフェニル、2, 2'-ジアミノ-3, 3'-ジメルカプトビフェニル、3, 3'-ジアミノ-2, 2'-ジメルカプトビフェニル、ビス(3-アミノ-4-メルカプトフェニル)ケトン、ビス(3-アミノ-2-メルカプトフェニル)ケトン、ビス(4-アミノ-3-メルカプトフェニル)ケトン、ビス(2-アミノ-3-メルカプトフェニル)ケトン、ビス(3-アミノ-4-メルカプトフェニル)スルフィド、ビス(3-アミノ-2-メルカプトフェニル)スルフィド、ビス(4-アミノ-3-メルカプトフェニル)スルフィド、ビス(2-アミノ-3-メルカプトフェニル)スルフィド、ビス(3-アミノ-4-メルカプトフェニル)スルホン、ビス(3-アミノ-2-メルカプトフェニル)スルホン、ビス(4-アミノ-3-メルカプトフェニル)スルホン、ビス(2-アミノ-3-メルカプトフェニル)スルホン、ビス(3-アミノ-4-メルカプトフェニル)エーテル、ビス(3-アミノ-2-メルカプトフェニル)エーテル、ビス(4-アミノ-3-メルカプトフェニル)エーテル、ビス(2-アミノ-3-メルカプトフェニル)エーテル、ビス(3-アミノ-4-メルカプトフェニル)メタン、ビス(3-アミノ-2-メルカプトフェニル)メタン、ビス(4-アミノ-3-メルカプトフェニル)メタン、ビス(2-アミノ-3-メルカプトフェニル)メタン、ビス(3-アミノ-4-メルカプトフェニル)ジフルオロメタン、ビス(3-アミノ-2-メルカプトフェニル)ジフルオロメタン、ビス(4-アミノ-3-メルカプトフェニル)ジフルオロメタン、ビス(2-アミノ-3-メルカプトフェニル)ジフルオロメタン、2, 2-ビス(3-アミノ-4-メルカプトフェニル)プロパン、2, 2-ビス(3-アミノ-2-メルカプトフェニル)プロパン、2, 2-ビス(4-アミノ-3-メルカプトフェニル)プロパン、2, 2-ビス(2-アミノ-3-メルカプトフェニル)プロパン、2, 2-ビス(3-アミノ-4-メルカプトフェニル)ヘキサフルオロプロパン、2, 2-ビス(3-アミノ-2-メルカプトフェニル)ヘキサフルオロプロパン、2, 2-ビス(4-アミノ-3-メルカプトフェニル)ヘキサフルオロプロパン、2, 2-ビス(2-アミノ-3-メルカプトフェニル)ヘキサフルオロプロパン、及び上記化合物中の芳香環の水素原子が部分的あるいは全てフッ素、塩素、臭素、トリフルオロメチル基で置換された化合物が挙げられる。

【0008】

本発明のポリベンゾアゾールの製造に用いられるジカルボン酸誘導体としては、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸等の脂肪族ジカルボン酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、4, 4'-ジカルボキシビフェニル、2, 2'-ジカルボキシビフェニル、2, 3'-ジカルボキシビフェニル、3, 3'-ジカルボキシビフェニル、3, 4'-ジカルボキシビフェニル、4, 4'-ジカルボキシジフェニルエーテル、2, 2'-ジカルボキシジフェニルエーテル、2, 3'-ジカルボキシジフェニルエーテル、3, 3'-ジカルボキシジフェニルエーテル、3, 4'-ジカルボキシジフェニルエーテル、4, 4'-ジカルボキシジフェニルケトン、2, 2'-ジカルボキシジフェニルケトン、2, 3'-ジカルボキシジフェニルケトン、3, 3'-ジカルボキシジフェニルケトン、3, 4'-ジカルボキシジフェニルケトン、4, 4'-ジカルボキシジフェニルスルフィド、2, 2'-ジカルボキシジフェニルスルフィド、2, 3'-ジカルボキシジフェニルスルフィド、3, 3'-ジカルボキシジフェニルスルフィド、3, 4'-ジカルボキシジフェニルスルフィド、4, 4'-ジカルボキシジフェニルスルホン、2, 2'-ジカルボキシジフェニルスルホン、2, 3'-ジカルボキシジフェニルスルホン、3, 3'-ジカルボキシジフェニルスルホン、3, 4'-ジカルボキシジフェニルスルホン、4, 4'-ジカルボキシジフェニルメタン、2, 2'-ジカルボキシジフェニルメタン、2, 3'-ジカルボキシジフェニルメタン、3, 3'-ジカルボキシジフェニルメタン、3, 4'-ジカルボキシジフェニルメタン、4, 4'-ジカルボキシジフェニルジフルオロメタン、2, 2'-ジカルボキシジフェニルジフルオロメタン、2, 3'-ジカルボキシジフェニルジフルオロメタン、3, 3'-ジカルボキシジフェニルジフルオロメタン、3, 4'-ジカルボキシジフェニルジフルオロメタン、4, 4'-ジカルボキシジフェニルエーテル、2, 2'-ジカルボキシジフェニルエーテル、2, 3'-ジカルボキシジフェニルエーテル、3, 3'-ジカルボキシジフェニルエーテル、3, 4'-ジカルボキシジフェニルエーテル等の芳香族ジカルボン酸、ジカルボン酸以外に、ジカルボン酸のジクロリド、ジブロミド等の酸ハロゲン化物、ジカルボン酸のジメチルエステルやジエチルエステル等のジアルキルエステル等が使用できる。

【0009】

本発明においては、ビス(アミノフェノール)誘導体、ビス(アミノチオフェノール)誘導体、及びジカルボン酸誘導体は、それぞれ単一化合物で用いるばかりではなく、2種類以上混合して用いることが可能である。その際、ポリベンゾオキサゾールに関しては、単一または2種類以上のビス(アミノフェノール)誘導体のモル数の合計と、単一または2種類以上のジカルボン酸誘導体のモル数の合計が等しいかほぼ等しくなるようにする。ポリベンゾチアゾールに関しては、単一または2種類以上のビス(アミノチオフェノール)誘導体のモル数の合計と、単一または2種類以上のジカルボン酸誘導体のモル数の合計が等しいかほぼ等しくなるようにする。

【0010】

重合反応に用いることができる溶媒としては、各誘導体を溶解できるものが望ましく、例えば、N, N-ジメチルアセトアミド、N, N-ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、N-メチル-2-ピロリドン、シクロヘキサノン、アセトン、メチルエチルケトン、トルエン、ポリリン酸等が挙げられる。

【0011】

前駆体であるポリヒドロキシアミドまたはポリメルカプトアミドの脱水閉環によるポリベンゾアゾールの生成は、通常加熱により行われる。加熱条件は前駆体の構造によって異なる。一般的には加熱温度60～400℃で、加熱時間は10分～5時間である。最終的な加熱温度は、ポリベンゾアゾールのガラス転移温度以上に上げることが望ましい。

【0012】

得られたポリベンゾアゾールの光導波損失は、波長1300nm及び1550nmでの光線透過率で80%以上が好ましく、より好ましくは85%以上、特に好ましくは90%以上である。光線透過率が80%未満の場合、光導波損失が大きく、光学材料として満足な性能が得られない。

【0013】

ポリベンゾアゾールの屈折率は、1.45～1.75が好ましい。この範囲を外れると、光ファイバや光路封止接着材との屈折率が大きく外れ、反射損失等が

大きくなり、光学材料として満足な性能が得られない。

【0014】

ポリベンゾアゾールの複屈折率は、0.008以下が好ましく、より好ましくは0.007以下、特に好ましくは0.006以下である。複屈折率が0.008を超えて大きくなると、光波速度の異方性が大きくなり、光学材料として満足な性能が得られない。

【0015】

ポリベンゾアゾールには、可塑剤、安定剤、屈折率調整剤などの添加剤を加えてもよい。また、種々の力学特性、光学特性を向上させる目的で、平均粒径が0.005～20 μm の充填剤を0.01～50重量部配合することや、紫外線吸収剤を添加することも可能である。

【0016】

光導波路の製造方法としては、シリコン等の基板上に、前駆体であるポリヒドロキシアミド又はポリメルカプトアミドをスピナー等により所定の厚さで塗布し、加熱してポリベンゾアゾールとし下部クラッド層を得る。次に下部クラッド層よりも屈折率の大きいポリベンゾアゾールの前駆体であるポリヒドロキシアミド又はポリメルカプトアミドを所定の厚さで塗布し、加熱することによりポリベンゾアゾールとしコア層を得る。次に蒸着により金属層をつけたあとレジスト塗布、プリベーク、露光、現像、アフターベークを行い、パターニングされたレジスト層を得る。金属を光導波路のコア形状にウエットエッチングにより除去した後、ポリベンゾアゾールをドライエッチングにより除去する。そして、マスクとして用い最後に残った金属層をウエットエッチングで除去し、リッジ型ポリベンゾアゾール光導波路を得る。

リッジ型光導波路の上に、コア層より屈折率の低いポリベンゾアゾールの前駆体であるポリヒドロキシアミド又はポリメルカプトアミドを塗布し、加熱によりポリベンゾアゾールが上部クラッド層となる埋め込み型ポリベンゾアゾール光導波路を得る。上部クラッド層には下部クラッド層と同じ樹脂を用いることが好ましい。

【0017】

光フィルタの製造方法としては、例えばシリコン等の基板上に、前駆体であるポリヒドロキシアミド又はポリメルカプトアミドを所定の厚さで塗布し、加熱することによってポリベンゾアゾール薄膜を得る。得られたポリベンゾアゾール薄膜上に、光学薄膜の材料となる誘電体、半導体、金属等を形成して光学フィルタを得る。

【0018】

光学レンズの製造方法としては、例えば、ポリベンゾアゾールの前駆体である、ポリヒドロキシアミド又はポリメルカプトアミドを、レンズ形状のキャビティを有するキャスト型中に封入し、加熱することによって前駆体を閉環させ、キャスト型から離型することによって、ポリベンゾアゾール光学レンズを得る。

【0019】

【実施例】

以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

(実施例1)

攪拌装置のついた4つ口フラスコに2, 2-(3-アミノ-4-ヒドロキシフェニル)ヘキサフルオロプロパン3.66 g (0.01 mol)、塩化リチウム0.93 g (0.022 mol)、N-メチルピロリドン16 gを加え、攪拌しながら-3℃に冷却した。この溶液に4, 4'-オキシビス(ベンゾイルクロリド)2.95 g (0.01 mol)を加え、数分攪拌後、室温(25℃)に戻しさらに24時間攪拌した。反応液を過剰の水中に滴下し得られたポリマーを沈殿させ、濾過、乾燥を行いポリヒドロキシアミドを得た。GPCにより得られたポリマーの分子量を測定したところ、数平均分子量で43,000であった。

また、得られたポリヒドロキシアミドをN, N-ジメチルアセトアミドに溶かし濃度30重量%の溶液になるように調製した。溶液を、スピナーを用いてシリコンウエハ上に塗布し、60℃で30分、100℃で30分、150℃で30分、200℃で30分、250℃で30分、300℃で30分、350℃で30分処理した。得られたフィルムの熱分解温度は400℃以上であった。また、得られたフィルムの屈折率は、1.5930(1300nm)、1.5910(1550nm)であった。

m)、複屈折率は、0.006 (1300 nm)、0.006 (1550 nm) であった。導波損失値を測定したところ、光線透過率で92% (1300 nm)、91% (1550 nm) であった。

【0020】

(実施例2)

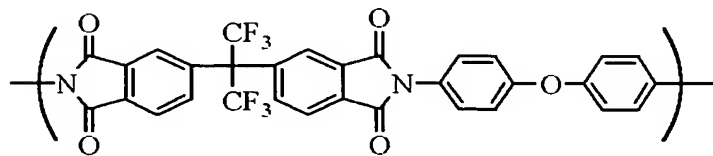
酸クロリドとして、実施例1の4, 4'-オキシビス(ベンゾイルクロリド)のかわりにイソフタル酸クロリド2.03 gを用いた以外は実施例1と同様の方法でポリマーを得た。ポリマーの分子量は、数平均分子量で42,000であった。実施例1と同様の方法でフィルムを作製し、屈折率を測定したところ、1.5662 (1300 nm)、1.5608 (1550 nm)、複屈折率は0.007 (1300 nm)、0.007 (1550 nm)、導波損失値は光線透過率で91% (1300 nm)、90% (1550 nm) であった。またフィルムの熱分解温度は400℃以上であった。

【0021】

(比較例1)

高耐熱性ポリマーとして、下記の構造式で示されるポリイミドのフィルムを作製し、屈折率を測定したところ、1.5720 (1300 nm)、1.5665 (1550 nm)、複屈折率は0.009 (1300 nm)、0.009 (1550 nm)、導波損失値は光線透過率で78% (1300 nm)、75% (1550 nm) であった。

【化3】



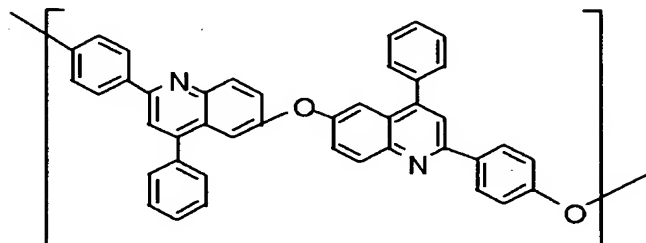
【0022】

(比較例2)

高耐熱性ポリマーとして、下記の構造式で示されるポリキノリンのフィルムを作製し、屈折率を測定したところ、1.7711 (1300 nm)、1.7528 (1550 nm)、複屈折率は0.085 (1300 nm)、0.071 (1550 nm) であった。

0 nm)、導波損失値は光線透過率で 65% (1300 nm)、61% (1550 nm) であった。

【化 4】



【0023】

上記の実施例、比較例の測定結果を纏めて表 1 に示した。

【表 1】

項目		実施例 1	実施例 2	比較例 1 (ポリイミド)	比較例 2 (ポリキノリン)
屈折率	1300nm	1.5930	1.5662	1.5720	1.7711
	1550nm	1.5910	1.5608	1.5665	1.7528
複屈折率	1300nm	0.006	0.007	0.009	0.085
	1550nm	0.006	0.007	0.009	0.071
光線透過率(%)	1300nm	92	91	78	65
	1550nm	91	90	75	61

【0024】

表 1 より本発明のポリベンゾアゾールを用いた光学用樹脂は、屈折率の近赤外域の測定波長による変化がポリイミドやポリキノリンより少ない。また、複屈折率の測定波長の変化は、ポリキノリンより優れ、ポリイミドと同等であり、しかもその値が低く光学特性に優れる。さらに、近赤外域の測定波長による光線透過率が、ポリイミドやポリキノリンより低く光学特性に優れる。

【0025】

【発明の効果】

本発明の光学用樹脂は、光通信に用いられる近赤外領域において高い透明性を示し、かつ高い耐熱性を示した。本発明の光学用樹脂は、リッジ型や埋め込み型光導波路に用いることができる。また光学フィルタやレンズ等に用いることもできる。

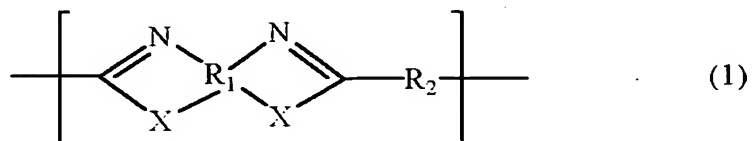
【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 近赤外において透明性に優れ、複屈折率が小さい特性を有する、主に光通信波長域で用いられる光学部品用樹脂を提供する。

【解決手段】 下記一般式(1)

【化1】



(式中R₁は芳香環を含む4価の有機基であり、2組のNとXはそれぞれ5員環を形成するようにR₁の芳香環に互いにオルト位に結合している。また式2価の有機基、Xは酸素原子または硫黄原子を表す)で表される繰り返し単位を有するポリベンゾアゾールを主構成要素とする光学用樹脂。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 1 - 2 2 7 9 2 7

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 4 4 5 5]

1. 変更年月日	1 9 9 3 年 7 月 2 7 日
[変更理由]	住所変更
住 所	東京都新宿区西新宿 2 丁目 1 番 1 号
氏 名	日立化成工業株式会社